

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-131000

(43)Date of publication of application : 08.05.2003

(51)Int.Cl.

G21K 7/00

G21K 5/08

H01J 35/08

(21)Application number : 2001-329645

(71)Applicant : JAPAN SCIENCE & TECHNOLOGY  
CORP  
MEIJI UNIV

(22)Date of filing : 26.10.2001

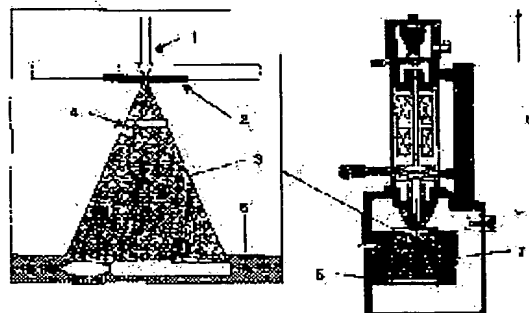
(72)Inventor : YOSHIMURA HIDEYASU

## (54) PROJECTION TYPE X-RAY MICROSCOPE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an X-ray microscope easily usable in a laboratory level and having a high resolution.

SOLUTION: A projection type X-ray microscope generates X-ray by irradiating electron beam to an X-ray target, casts the generated X-ray on the specimen and photographs an X-ray transmission image of specimen. The X-ray target consists of a light element film and a metal piece fixed on the light element film. By irradiating electron beam on the metal piece constituting the X-ray target, an X-ray is generated from the region of diameter of tens nm below the metal piece.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's

decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開 2003-131000

(P 2003-131000A)

(43) 公開日 平成15年5月8日 (2003. 5. 8)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マ-ト* (参考)
G 2 1 K	7/00	G 2 1 K	7/00
	5/08		5/08
H 0 1 J	35/08	H 0 1 J	35/08
			X
			A

審査請求 未請求 請求項の数 1 3 O L

(全 5 頁)

(21) 出願番号 特願2001-329645 (P2001-329645)

(22) 出願日 平成13年10月26日 (2001. 10. 26)

(71) 出願人 396020800

科学技術振興事業団

埼玉県川口市本町4丁目1番8号

(71) 出願人 801000027

学校法人明治大学

東京都千代田区神田駿河台1-1

(72) 発明者 吉村 英恭

神奈川県川崎市麻生区片平1-3-5

(74) 代理人 100093230

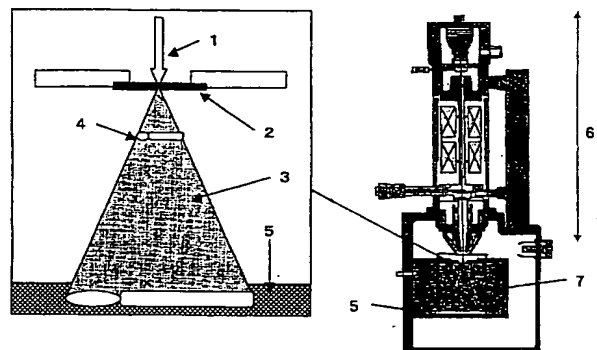
弁理士 西澤 利夫

(54) 【発明の名称】 投影型X線顕微鏡

(57) 【要約】

【課題】 実験室レベルで簡便に利用可能であり、かつ、高い分解能を持つX線顕微鏡を提供する。

【解決手段】 電子ビームをX線ターゲットに照射しX線を発生せしめ、発生したX線を試料に投影し、試料のX線透過像を撮像する投影型X線顕微鏡において、X線ターゲットが軽元素膜と軽元素膜上に固定された金属片とからなり、X線ターゲットを構成する金属片上方に電子ビームに照射することで金属片下方における径が数十nmの範囲の領域からX線を発生する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 電子ビームを X 線ターゲットに照射することで X 線を発生し、発生した X 線を試料に投影し、試料の X 線透過像を撮像する投影型 X 線顕微鏡において、X 線ターゲットが軽元素膜と軽元素膜上に固定された金属片とからなり、X 線ターゲットを構成する金属片上方に電子ビームに照射することで金属片下方における径が数十 nm の範囲の領域から X 線を発生することを特徴とする投影型 X 線顕微鏡。

【請求項 2】 X 線ターゲットを構成する金属片を円柱状または球状とすることを特徴とする請求項 1 記載の投影型 X 線顕微鏡。

【請求項 3】 X 線ターゲットを構成する金属片を、直径が 20～200 nm、また、高さが 20～200 nm である円柱状、もしくは、直径が 20～200 nm である球状とすることを特徴とする請求項 1 または 2 記載の投影型 X 線顕微鏡。

【請求項 4】 X 線ターゲットを構成する金属片を、原子番号が 60 以上である金属から選択することを特徴とする請求項 1 乃至 3 いずれかの投影型 X 線顕微鏡。

【請求項 5】 X 線ターゲットを構成する軽元素膜の膜厚を 20～200 nm とすることを特徴とする請求項 1 乃至 4 いずれかの投影型 X 線顕微鏡。

【請求項 6】 X 線ターゲットを構成する軽元素膜を窒化シリコン膜もしくはダイヤモンド膜とすることを特徴とする請求項 1 乃至 5 いずれかの投影型 X 線顕微鏡。

【請求項 7】 X 線ターゲットにおいて軽元素膜上に複数の金属片をそれぞれ孤立して固定し、電子ビームをいずれかの金属片に対して選択的に照射することで X 線の発生位置を変化させ、それぞれの発生位置から投影された試料の X 線透過像を撮像し、2 枚以上の撮像の視差から試料の立体構造を再構成することを特徴とする請求項 1 乃至 6 いずれかの投影型 X 線顕微鏡。

【請求項 8】 電子ビームを照射することで X 線を発生する X 線ターゲットの作成方法であって、軽元素膜上に対して陽極酸化法またはエッチングを適用することにより軽元素膜上に金属製の円柱を生成することを特徴とする X 線ターゲットの作製方法。

【請求項 9】 金属製の円柱の直径が 20～200 nm、また、高さが 20～200 nm であることを特徴とする請求項 8 記載の X 線ターゲットの作製方法。

【請求項 10】 円柱を構成する金属を原子番号が 60 以上である金属から選択することを特徴とする請求項 8 または 9 の X 線ターゲットの作製方法。

【請求項 11】 軽元素膜の膜厚を 20～200 nm とすることを特徴とする請求項 8 乃至 10 いずれかの X 線ターゲットの作製方法。

【請求項 12】 軽元素膜を窒化シリコン膜もしくはダイヤモンド膜とすることを特徴とする請求項 8 乃至 11 いずれかの X 線ターゲットの作製方法。

【請求項 13】 生成される金属製の円柱の個数を複数とすることを特徴とする請求項 8 乃至 12 いずれかの X 線ターゲットの作製方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】この出願の発明は、投影型 X 線顕微鏡に関するものである。さらに詳しくは、この出願の発明は、マイクロオーダーまたはナノオーダーの高い分解能での生体や電子材料の観察に有用な投影型 X 線顕微鏡に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術と発明の課題】透過力も大きく、波長が短く分解能も高いといった特長を持つ X 線顕微鏡の開発が、1950 年代から盛んに行われてきた。しかし、X 線はその光学的特性から、屈折を利用した単純なレンズを適用することが不可能であり、現在においても、汎用的に利用されている光学顕微鏡や電子顕微鏡のような実用化がなされていないのが現状である。

【0003】これまで、回折現象を利用したレンズであるゾーンプレートを用いることで 20 ナノメートル程度の分解能を実現した X 線顕微鏡が開発されている。この X 線顕微鏡においては、レンズの効率が低いことから、放射光のような極めて強力な X 線源が必要となり、汎用性の低い特殊な顕微鏡装置となってしまう。

【0004】近年のナノテクノロジーやバイオテクノロジーの発展に伴い、半導体の非破壊検査やたんぱく質や染色体の構造解析のようなマイクロオーダーまたはナノオーダーでの構造物の観察を、手軽に実施したいという要望が高まってきている。光学顕微鏡においては、分解能が足りないため、マイクロオーダーまたはナノオーダーでの構造物の観察は不可能であり、また、電子顕微鏡においては、透過力が足りずに半導体や染色体などの観察は難しい。このため、実験室レベルで簡便に利用可能であり、なおかつ、高い分解能を持つ X 線顕微鏡の開発が求められている。

【0005】従来、X 線源から発生する X 線の強度を向上させる方法としては、回転対陰極を用いる方法とシンクロトロン電子軌道上に細線を挿入する方法とが広く知られている。前者においては、ターゲットを回転させることで発熱を抑制し、また、電子線を絞ることで X 線の強度を増大している。しかし、この方法においては、空間電化効果による制限により X 線強度の向上には限界がある。後者においては、ターゲットを細線とすることで X 線強度を向上させている。しかし、細線を微細なものとすると際に力学的に限界があり、また、あまりに細線化がなされ過ぎると熱によりターゲットの蒸発してしまうという問題が残されている。

【0006】以上の手法で問題となるターゲットの発熱を抑制しつつ、高い強度での X 線を発生させる X 線源に関する提案として、特開 2001-216927 の発明

10

20

30

40

50

が公知である。この発明においては、球状または棒状のターゲットおよび軽元素からなるターゲット支持部材からX線ターゲットを構成する。そして、ターゲットは、ターゲット支持部材によって支持されるか、もしくは、ターゲット支持部材内部に埋め込まれることを特徴としており、ターゲットの発熱を抑制しつつ、高い強度でのX線の発生を実現している。

【0007】X線顕微鏡の分解能の向上を実現するためには、X線ターゲットにおけるX線発生領域の面積を小さくする必要がある。従来のX線ターゲットにおいては、図5に示すように、電子ビームの径を絞ったとしても、X線ターゲットである金属の内部において電子線が散乱してしまうために、X線ターゲットからX線が発生する領域が広がってしまう。このため、従来のX線源を用いたX線顕微鏡においては、その分解能を0.1 $\mu$ m以下にすることは困難であった。

【0008】そこで、この出願の発明は、以上の通りの事情に鑑みてなされたものであり、実験室レベルで簡便に利用可能であり、かつ、高い分解能を持つX線顕微鏡を提供することを課題としている。

#### 【0009】

【課題を解決するための手段】この出願の発明は、上記の課題を解決するものとして、第1に、電子ビームをX線ターゲットに照射することでX線が発生し、発生したX線を試料に投影し、試料のX線透過像を撮像する投影型X線顕微鏡において、X線ターゲットが軽元素膜と軽元素膜上に固定された金属片とからなり、X線ターゲットを構成する金属片上方に電子ビームに照射することで金属片下方における径が数十nmの範囲の領域からX線

を発生することを特徴とする投影型X線顕微鏡を提供する。

【0010】また、この出願の発明である投影型X線顕微鏡は、第2に、X線ターゲットを構成する金属片を円柱状または球状とすること、第3に、X線ターゲットを構成する金属片を、直径が20～200nm、また、高さが20～200nmである円柱状、もしくは、直径が20～200nmである球状とすること、第4に、X線ターゲットを構成する金属片を、原子番号が60以上である金属から選択すること、第5に、X線ターゲットを構成する軽元素膜の膜厚を20～200nmとすること、第6に、X線ターゲットを構成する軽元素膜を窒化シリコン膜もしくはダイヤモンド膜とすることを特徴とする。

【0011】そして、この出願の発明は、上記の投影型X線顕微鏡のX線ターゲットにおいて軽元素膜上に複数個の金属片をそれぞれ孤立して固定し、電子ビームをいずれかの金属片に対して選択的に照射することでX線の発生位置を変化させ、それぞれの発生位置から投影された試料のX線透過像を撮像し、2枚以上の撮像の視差から試料の立体構造を再構成することを、第7の発明の態

様として提供する。

【0012】さらに、この出願の発明は、第8の発明の態様として、電子ビームを照射することでX線が発生するX線ターゲットの作製方法であって、軽元素膜上に陽極酸化法またはエッチングにより孤立した金属製の円柱を生成することを特徴とするX線ターゲットの作製方法をも提供する。

【0013】上記のX線ターゲットの作製方法においては、第9に、金属製の円柱の直径が20～200nm、また、高さが20～200nmであること、第10に、円柱を構成する金属を原子番号が60以上である金属から選択すること、第11に、軽元素膜の膜厚を20～200nmとすること、第12に、軽元素膜を窒化シリコン膜もしくはダイヤモンド膜とすること、第13に、生成される金属製の円柱の個数を複数とすることを特徴とする。

#### 【0014】

【発明の実施の形態】この出願の発明は、上記のとおりの特徴をもつものであるが、以下に、その実施の形態について説明する。

【0015】図1は、この出願の発明である投影型X線顕微鏡の構成について示した概要図である。この出願の発明である投影型X線顕微鏡においては、電子ビーム

(1)をX線ターゲット(2)に照射しX線(3)が発生する。X線ターゲット(2)より発生したX線(3)は、試料(4)に照射される。試料(4)に照射されたX線(3)は、試料(4)後方の平面上にX線透過像を投影する。このX線透過像を撮像手段(5)により撮像することで、試料内部の構造を観察することができる。

【0016】X線ターゲット(2)に照射される電子ビーム(1)のビーム径は、金属片の径よりも小さくなるように絞り込まれている。電子ビーム(1)を絞り込むための手段としては、例えば、電子ビームの発生源として電子顕微鏡(6)を利用すればよい。具体的には、電子ビームのビーム径は、数十nm以下に絞り込まれる。

【0017】この出願の発明である投影型X線顕微鏡は以上のような構成をもつものであるが、X線光学系にレンズを使用しないことから、光軸調整や焦点合わせなどの煩雑な手順を必要としない。この出願の発明である投影型X線顕微鏡において、撮像の拡大倍率は、X線源と試料との距離R1とX線源と撮像手段との距離R2により $R2/R1$ と決定される。例えば、R1が0.1m、また、R2が100mmである場合には、拡大倍率1000倍のX線透過像を取得することが可能である。

【0018】X線は焦点深度が深いため、数ミリメートル程度の厚さを持つ光学的に不透明な試料の内部構造を観察するのに適している。また、電子顕微鏡のように、真空中に試料を設置する必要が無い。この投影型X線顕微鏡においては、試料は空気またはHeガス(7)の中に設置されることから、生体細胞や微小生物を試料とし

て適用することが可能である。

【0019】この出願の発明である投影型X線顕微鏡においては、図2に示すように、X線ターゲットは、軽元素膜(21)と軽元素膜上に固定された金属片(22)とから構成される。X線ターゲットを構成する金属片(22)の形状を、円柱状または球状にすることで、金属片(22)の断面積を小さくすることができ、その結果、電子ビーム(23)を照射した際にX線が発生する領域(24)の面積を小さく抑えることが可能となる。

【0020】金属片(22)の形状が円柱状である場合には、直径を20~200nm、高さを20~200nmの範囲に設定することで、ナノオーダーの分解能を持つX線顕微鏡が実現する。同様に、金属片(22)の形状が球状である場合には、直径を20~200nmの範囲に設定することが好ましい。

【0021】金属片(22)の種類としては、X線の発生効率が金属片の原子番号の自乗に比例することから、原子番号の大きな金属が選択されることが好ましく、具体的には、原子番号が60以上の金属を選択するのが好適である。また、X線ターゲットを構成する軽元素膜(21)としては、窒化シリコンやダイヤモンドなどの軽元素膜が選択され、膜厚を例えば20~200nmとすることが好ましい。

【0022】また、この出願の発明である投影型X線顕微鏡においては、X線ターゲットの軽元素膜上に固定される金属片を、複数個としてもよい。複数個の金属片は、それぞれ軽元素膜上に孤立して存在するように固定されている。このとき、電子ビームをいずれかの金属片に対して選択的に照射することでX線の発生位置を変化させることができる。X線の発生位置を変化させることで、取得される試料のX線透過像において撮像位置に変化が生じる。2枚以上のX線透過像における試料のズレ(視差)を調べることで、ステレオ撮影の原理により試料の3次元的な構造を再構成することが可能である。

【0023】この出願の発明である投影型X線顕微鏡のX線ターゲットは、軽元素膜上に対して陽極酸化法またはエッチングを適用して、孤立した金属製の円柱を生成することで作製される。例えば、図3に示すように、軽元素膜(31)上に成膜した金属膜(32)に対してエッチングを施し、孤立した円柱(33)を形成する。図4は、以上の手順により実際に作製した直径80nmの円柱の電子顕微鏡像である。

【0024】この出願の発明である投影型X線顕微鏡により、光学顕微鏡では分解能が足りず、また、電子顕微鏡では電子が透過できなかった細胞の染色体の内部構造を、水分を含んだ状態で観察することが可能となる。また、放射光などの大掛かりな設備を用いることもないことから、実験室レベルでX線顕微鏡が利用でき、フィードバックが容易である。

【0025】撮像手段として、顕微鏡CTを用いることで、試料の立体構造を数値的に捉えることが可能である。また、撮像手段としてCCDカメラを適用すれば、試料の経時的な変化を動画像として捉えることもできる。さらに、電子ビームの加速電圧を高め、X線の波長を短くすることで、半導体材料の非破壊検査にも適用することが可能となる。

【0026】以上のこの出願の発明である投影型X線顕微鏡の構成は一例であり、以上で示した構成に限定されることはなく、その細部について、様々な形態をとることができることが考慮されるべきであることは言うまでもない。

【0027】

【発明の効果】この出願の発明により、以上詳しく説明したとおり、実験室レベルで簡便に利用可能であり、かつ、高い分解能を持つX線顕微鏡が提供される。この出願の発明は、神経細胞のネットワークや細胞分裂時の染色体といった微小な生物構造の解明、機能性材料研究における表面現象の解析などのように生命科学分野や先端材料工学分野の研究・開発に非常に有益であると考えられ、その実用化が強く期待される。

【図面の簡単な説明】

【図1】この出願の発明である投影型X線顕微鏡の構成について示した概要図である。

【図2】この出願の発明である投影型X線顕微鏡のX線ターゲットの構成について示した概要図である。

【図3】この出願の発明であるX線ターゲットの製造方法により製造されるX線ターゲットについて示した概要図である。

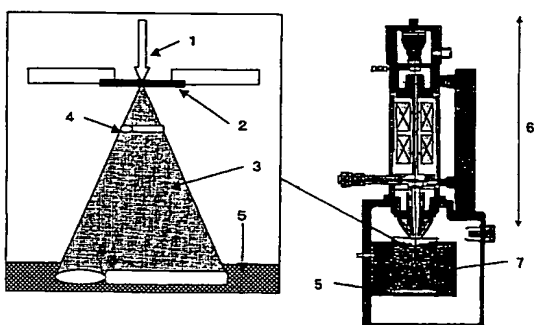
【図4】この出願の発明であるX線ターゲットの製造方法により実際に製造されたX線ターゲットの電子顕微鏡像を示した図である。

【図5】従来のX線ターゲットによるX線の発生の原理について示した概要図である。

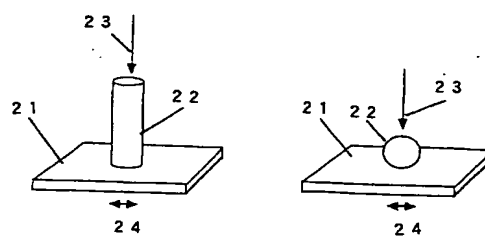
【符号の説明】

- 1 電子ビーム
- 2 X線ターゲット
- 3 X線
- 4 試料
- 5 撮像手段
- 6 電子顕微鏡
- 7 空気またはHeガス
- 21 軽元素膜
- 22 金属片
- 23 電子ビーム
- 24 X線が発生する領域
- 31 軽元素膜
- 32 金属膜
- 33 円柱

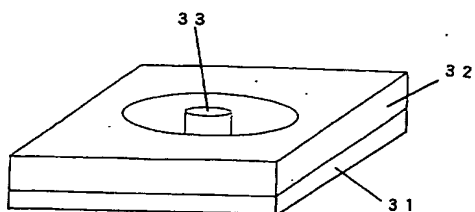
【図1】



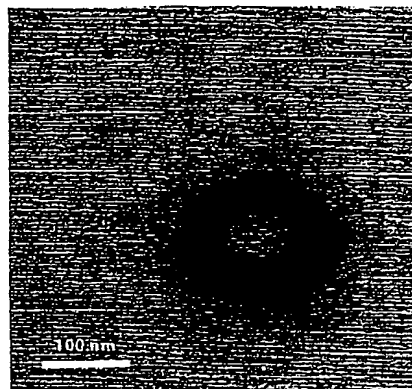
【図2】



【図3】



【図4】



【図5】

